

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

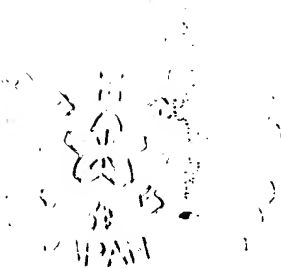
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 2 年 1 1 月 2 6 日
Date of Application:

出 願 番 号 特 願 2 0 0 2 - 3 8 2 6 5 0
Application Number:
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 2 - 3 8 2 6 5 0]

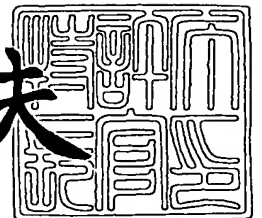
出 願 人 株式会社フクハラ
Applicant(s):



2 0 0 3 年 7 月 2 2 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 3 - 3 0 5 7 9 0 8

【書類名】 特許願

【整理番号】 FK1417

【提出日】 平成14年11月26日

【あて先】 特許庁長官殿

【発明の名称】 窒素ガスの製造方法および製造装置

【請求項の数】 5

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市瀬谷区阿久和西1丁目15番地5 株式会社フクハラ内

【氏名】 福原 廣

【特許出願人】

【識別番号】 000154521

【住所又は居所】 神奈川県横浜市瀬谷区阿久和西1丁目15番地5

【氏名又は名称】 株式会社フクハラ

【電話番号】 045-363-7373

【代表者】 福原 廣

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【書類名】 明細書

【発明の名称】 窒素ガスの製造方法および製造装置

【特許請求の範囲】

【請求項1】 圧縮空気を加熱した後に、前記圧縮空気より酸素を除去する中空糸膜式窒素ガス発生器（40）と、前記圧縮空気より酸素を吸収する酸素吸収装置（70）を経由させたことを特徴とする窒素ガスの製造方法。

【請求項2】 前記酸素吸収装置（70）より発生した熱を、前記圧縮空気を加熱する目的で使用することを特徴とする請求項1に記載の窒素ガスの製造方法。

【請求項3】 圧縮空気を加熱する第一熱交換器（30）と、前記圧縮空気より酸素を除去する中空糸膜式窒素ガス発生器（40）と、前記圧縮空気の酸素を吸収する酸素吸収装置（70）を、記載の順に前記圧縮空気が流れるように配設したことを特徴とする窒素ガスの製造装置。

【請求項4】 前記圧縮空気の流量を調整する絞り弁（50）を、前記中空糸膜式窒素ガス発生器（40）の直後に配設したことを特徴とする請求項3に記載の窒素ガスの製造装置。

【請求項5】 前記第一熱交換器（30）の上流に、前記酸素吸収装置（70）より発生した熱を利用している第二熱交換器（90）を配設したことを特徴とする請求項3または請求項4に記載の窒素ガスの製造装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、窒素ガスの製造方法および製造装置に関する技術であって、更に詳細に述べると、簡便な方式で純度の高い窒素ガスを作り出すための、また発生した廃熱を有効活用しての、窒素ガスの製造方法および製造装置の技術に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

従来、窒素ガスの製造方法および製造装置に関する技術としては、PAS方式

と膜分離方式と深冷分離方式の3種類が一般的であった。

【0003】

その中で、PAS方式は、Pressure Swing Adsorption、の略称を意味していて、圧縮空気を活性炭の一種である吸着材に通し、高圧力で特定のガスを吸着し、低圧力で特定のガスを吐き出す、という吸着材の特性を利用して、圧縮空気から酸素等を吸着することで窒素を分離する方式である。この場合、ヒートレス・ドライヤーと同様の原理をもち、装置は2筒式で膜分離式よりも大形となり、電磁弁などのメンテナンス負荷もかかっていた。

尚、窒素の純度は通常99～99.9999%程度であった。

【0004】

一方、膜分離方式は、圧縮空気を中空糸状の高分子膜である中空糸膜内に送り込み、圧縮空気に含まれている各ガス成分の膜への透過量の差を利用して窒素を分離する方式である。この場合、PAS方式よりも小形でメンテナンス負荷も小さい反面、窒素の純度は95～99.9%程度であるため、高純度のニーズには適しなかった。

【0005】

また、深冷分離方式は、大量と高純度のニーズ向けのもので、空気を冷却して分離生成していた。例えば、空気を-190℃前後にした場合には、窒素の沸点は-195.8℃であり酸素の沸点は-183.0℃であるので、酸素は液化し分離出来る。この場合、99.999%以上の高純度の窒素が得られるが、大規模な設備が必要であった。一方、供給は、タンクローリーによる搬送のほか、大口ユーザーの工場敷地内や隣接地にプラントを設置してパイピングする方式も採られていた。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、このような従来の、窒素ガスの製造方法および製造装置に関する技術に関しては、以下に示すような課題があった。

【0007】

第一に、PAS方式の場合、装置が大形となり、電磁弁等の装置のメンテナン

スに難点があった。

【0008】

第二に、膜分離方式の場合、窒素純度は95～99.9%程度となるため、高純度のニーズには適しなかった。

【0009】

第三に、深冷分離方式の場合、99.999%以上の高純度の窒素が得られるが、大規模な設備が必要であった。

本発明はこのような課題を解決することを目的としている。

【0010】

【課題を解決するための手段】

本発明は、圧縮空気を加熱した後に、前記圧縮空気より酸素を除去する中空糸膜式窒素ガス発生器40と、前記圧縮空気より酸素を吸収する酸素吸収装置70を経由させたことを特徴とし、更には、前記酸素吸収装置70より発生した熱を、前記圧縮空気を加熱する目的で使用することを特徴とすることによって、上記課題を解決した。

【0011】

また本発明は、圧縮空気を加熱する第一熱交換器30と、前記圧縮空気より酸素を除去する中空糸膜式窒素ガス発生器40と、前記圧縮空気の酸素を吸収する酸素吸収装置70を、記載の順に前記圧縮空気が流れるように配設したことを特徴とし、更には、前記圧縮空気の流量を調整する絞り弁50を、前記中空糸膜式窒素ガス発生器40の直後に配設したことを特徴とし、更には、前記第一熱交換器30の上流に、前記酸素吸収装置70より発生した熱を利用している第二熱交換器90を配設したことを特徴とすることによって、上記課題を解決した。

【0012】

【発明の実施の形態】

本願発明による、窒素ガスの製造装置を図面と共に詳細に説明する。

ここで、図1は、本願発明の全体を示した図であり、図2は、別の本願発明の全体を示した図である。

【0013】

(第一実施例)

図1に見られるように、10はエアーコンプレッサであり、具体的に図示していないが、モータとコンプレッサとタンクから構成されていて、モータの回転をベルトによってコンプレッサに伝達することで、大気を取り込みながら圧縮空気をタンクに貯蔵するようになっている。

【0014】

そして、全体の構成としては、エアーコンプレッサ10によってタンクに貯蔵された圧縮空気は、圧縮空気配管201と、手動によって開閉することが可能な開閉弁11と、圧縮空気配管202と、圧縮空気より塵埃やオイルミスト等を除去するエアーフィルター20と、圧縮空気配管203と、圧縮空気を加熱する第一熱交換器30と、圧縮空気配管204と、圧縮空気より酸素を除去する中空糸膜式窒素ガス発生器40と、窒素ガス配管205と、中空糸膜式窒素ガス発生器40を流れる圧縮空気の流量を調整する絞り弁50と、窒素ガス配管206と、窒素ガスを貯蔵する窒素ガスタンク60と、窒素ガス配管207と、ここまで流れてきた窒素ガスから更に酸素を吸収する酸素吸収装置70と、窒素ガス配管208と、酸素吸収装置70で発生した塵埃等を除去するエアーフィルター80と、窒素ガス配管209と、手動によって開閉することが可能な開閉弁81と、窒素ガス配管210を配設することで、純度の高い窒素ガスを供給可能な構成となっている。

【0015】

ここで、エアーフィルター20は、図1では塵埃とオイルミスト等を除去することを目的として一組で構成しているが、圧縮空気より塵を除去するプレフィルターと圧縮空気より油を除去するミストフィルターとマイクロミストフィルターを目的毎に分けて複数組で構成しても構わない。

【0016】

その場合には、エアーフィルター20は、上流からプレフィルターとミストフィルターとマイクロミストフィルターの三組のフィルターを構成している場合を考えると、一例として上流から最小の大きさが 3μ と 0.1μ と 0.01μ の異物を捕捉することが出来るものであったり、また別の例として最小の大きさが 5μ

と 0.5μ と 0.01μ の異物を捕捉することが出来るものであったり、究極的には最小の大きさが $1\sim 5\mu$ と $0.05\sim 0.5\mu$ と 0.01μ 何れかの値の異物を捕捉することが出来るものであったりするような色々なフィルターの構成が考えられる。

【0017】

更に、エアーフィルター 20 やエアーフィルター 20 を構成している各フィルターの構造としては、一例として全てのフィルター本体に異物を捕捉するフィルターエレメントを収納しているような構成が考えられる。そして、エアーフィルター 20 やエアーフィルター 20 を構成している各フィルターからは、露化して溜まったドレン水が排出することが出来るようになっている。尚、ここに述べた構造に関しては、後で記述するエアーフィルター 80 に関しても同様のことが言える。

【0018】

加えて、このエアーフィルター 20 に関しては、一組や三組のフィルターに限る訳ではなく、下流になるに従って捕捉性能が向上するような配置であれば、二組のフィルターでも四組のフィルターでも、それ以上の組数のフィルターの構成でも構わない。

【0019】

一方、第一熱交換器 30 は、蛇管によって構成され、加熱方法として図 1 では温風ヒータ 31 からの温かい風の送風によって加熱しているが、蛇管の外側に蒸気を通したり温水を通したり、蛇管の外側にニクロム線を配設してニクロム線に通電することによって発生した熱で蛇管を加熱すること等、色々な方法が考えられる。

【0020】

次に、中空糸膜式窒素ガス発生器 40 は、ポリエステル製で何千ものストロー状の中空糸を束ねた中空糸膜より形成されていて、中空糸の内側に圧縮空気を通すことで、圧縮空気に含まれているガスが固有に持っている中空糸の膜の透過速度の違いを利用して、圧縮空気中に最も多く含まれている窒素ガスを残存させているのである。

【0021】

この場合、中空糸膜式窒素ガス発生器40の直ぐ下流には、中空糸膜式窒素ガス発生器40を通過する圧縮空気の流量を変更可能に、絞り弁50を配設している。

【0022】

尚、図1では、中空糸膜式窒素ガス発生器40として一組の中空糸膜と絞り弁50を配設したものしか示していないが、直列にm組の中空糸膜と一組の絞り弁を配設し、更にそれ等の直列に配設した集合体を並列にn組配設することによって、mn組の中空糸膜とn組の絞り弁を構成する例も考えられる。ここでは、直列に並んだm組の中空糸膜を流れる圧縮空気の流量を一組の絞り弁によって変更可能にしているのである。

【0023】

但し、mとnの値に関しては、1でも2でもそれ以上の数でも構わない。当然、mとnは異なった値でも構わない。また、mn組の中空糸膜とn組の絞り弁の集合体は、図1で考えると圧縮空気配管204から分流し窒素ガス配管206で合流するようになっている。

【0024】

結局の所、絞り弁50を配設することによって、中空糸膜と絞り弁の構成だけでは、具体的には98～99.5%程度の純度の窒素ガスを確保出来るだけである。更に、第一熱交換器30により圧縮空気を過熱することによって、夏と冬の季節に関係無く定常的に99.9%程度の純度の窒素ガスを確保出来るようになったのである。

【0025】

所で、図1で絞り弁50と酸素吸収装置70の間に配設されていて窒素ガスを貯蔵する窒素ガスタンク60に関しては、この位置に限定される必要ではなく、後で記述する酸素吸収装置70とエアフィルター80の間やエアフィルター80と開閉弁81の間に位置させても構わない。

【0026】

次に、酸素吸収装置70に関しては、鉄粉と、鉄の酸化の反応を促進するため

の塩化ナトリウムと活性炭と少量の水と水を保持する水分保持材を充填しているが、これらの充填物に関しては、鉄粉だけの場合、鉄粉に活性炭だけの場合、鉄粉に塩化ナトリウムだけの場合、鉄粉に塩化ナトリウムに活性炭だけの場合、鉄粉に水だけの場合、鉄粉に水に塩化ナトリウムだけの場合、鉄粉に水に活性炭だけの場合、鉄粉に水に塩化ナトリウムに活性炭だけの場合等、色々な変化が考えられる。

【 0 0 2 7 】

この場合、水分保持材に関してはバーミュキュライト等が考えられるが、使用する場合と使用しない場合の両方が考えられる。更に、塩化ナトリウムに関しては塩化カリウムでも塩化カルシウムでも構わない。

【 0 0 2 8 】

尚、一つの例として、重量の割合で鉄粉 7 8 % と塩化ナトリウム 8 % と活性炭 1 0 % と水分保持材 4 % の混合品 1 K g に水を約 5 0 c c とするのが理想的であるということが出来る。

【 0 0 2 9 】

一方、これらの物質を反応させることによって、発熱し水分が蒸発する。そこで、発熱によって蒸発した水を供給するために、酸素吸収装置 7 0 には、水ポットを水供給配管と手動によって開閉する開閉弁と水供給配管によって接続すること等が考えられる。

【 0 0 3 0 】

ここで、酸素吸収装置 7 0 は、図 1 では一組の構成となっているが、二組を並列にして構成する場合も考えられる。その理由は、一組目の装置に充填している鉄粉等が劣化した際に充填物を交換する必要が有るが、その間に二組目の装置を使用する目的で配設したものである。従って、一組目を使用する際には、二組目の入口と出口に配設された開閉弁を閉じることで、二組目に窒素ガスが流れないようにする必要が有るし、二組目を使用する場合にも一組目は同様な構成となっている必要がある。

【 0 0 3 1 】

また、エアーフィルター 8 0 に関しては、酸素吸収装置 7 0 で付着した塵埃等

を除去するために設けたものである。

【0032】

尚、開閉弁 81 に関しては開閉弁 11 も含め、手動でなくても電磁弁によるものや電動弁によるものも考えられる。

【0033】

本発明による、窒素ガスの製造方法および製造装置は前述したように構成されており、以下に、その動作について詳細に説明する。

【0034】

先ず、エアーコンプレッサ 10 を構成しているモータを作動させると、モータの回転はベルトによってコンプレッサに伝えられ、圧縮空気をタンクに貯蔵するようになっている。

【0035】

ここで、貯蔵された圧縮空気は、圧縮空気配管 201 と、開閉弁 11 と、圧縮空気配管 202 と、エアーフィルター 20 と、圧縮空気配管 203 と、第一熱交換器 30 と、圧縮空気配管 204 と、中空糸膜式窒素ガス発生器 40 と、窒素ガス配管 205 と、絞り弁 50 と、窒素ガス配管 206 を経由して窒素ガスタンク 60 に送り込まれる。

【0036】

この場合、開閉弁 11 を開放することによってエアーフィルター 20 では油や塵等の各種の異物を取り除いた後に、清浄な圧縮空気を第一熱交換器 30 に送り込んでいる。

【0037】

次に、第一熱交換器 30 では、圧縮空気を温熱ヒータ等の過熱手段によって過熱している。この場合、加熱手段は、温風ヒータ 31 に限定されるものではない。また、加熱温度に関しては、大気温度に対して 10℃や 15℃高くなるように設定したり、常に 40℃や 50℃になるように設定するようなことが考えられる。

【0038】

この様に圧縮空気を加熱する理由は、温度の高くなった圧縮空気を中空糸膜式

窒素ガス発生器 40 に送り込むことによって、中空糸膜式窒素ガス発生器 40 におけるより純度の高い窒素ガスの流量の増加が見込めるからである。即ち、圧縮空気を過熱することで、窒素ガスの流量が一定の場合には、より純度の高い窒素ガスが得られ、窒素ガスの純度を一定にした場合には、窒素ガスの流量が増大するためである。

【0039】

ここで、中空糸膜式窒素ガス発生器 40 において窒素ガスを作り出す原理としては、中空糸膜を隔てて内側に圧縮空気を流すと、圧縮空気の成分は内側の高压側から中空糸膜に溶解し、中空糸膜の中を拡散移動して外側の低压側に拡散していく。この場合、ガスの種類によって溶解度と拡散の状況が違いため透過速度に差が出る。尚、圧縮空気を構成している成分の透過速度は、透過し易い順に、水・ヘリウムガス・炭酸ガス・酸素ガス・アルゴンガス・一酸化炭素・窒素ガスとなっている。

【0040】

従って、窒素を約 80% と酸素を約 20% で構成されている圧縮空気を中空糸膜の内側に流すと、窒素より透過速度の速い酸素は早い時点で中空糸膜の内側から外側に出て行くのである。そのために、中空糸膜内側を流れる空気は出口に向かう程酸素が少なくなって、中空糸膜出口からは高濃度の窒素ガスが得られる訳である。

【0041】

この場合、一つの例として、供給される圧縮空気の圧力を $7 \text{ kg/cm}^2 \text{ G}$ として 99% の窒素ガスを作り出そうとする場合、窒素ガス発生流量比と圧縮空気温度の間には

窒素ガス発生流量比	0.9	1	1.1
圧縮空気温度 (°C)	10	25	40

の直線上に示されるように、圧縮空気の温度を上げると窒素ガス発生流量は増加するという関係があることが確認されている。

【0042】

この様にして、第一熱交換器 30 と中空糸膜式窒素ガス発生器 40 と絞り弁 5

0によって夏と冬の季節に関係無く99.9%程度の純度を確保した窒素ガスは、窒素ガス配管206を経由して窒素ガスタンク60に送り込まれ貯蔵されているのである。

【0043】

次に、窒素ガスタンク60に貯蔵された99.9%という夏と冬の季節に関係無く一定の純度を確保した窒素ガスは、窒素ガス配管207と、酸素吸収装置70と、窒素ガス配管208と、エアーフィルター80と、窒素ガス配管209と、絞り弁81を経由して窒素ガス配管210より高純度の窒素ガスを供給することが可能となっている。

【0044】

ここで、酸素吸収装置70では、内部に充填している鉄粉を酸化させることで発熱しながら窒素ガスから酸素を奪い、窒素ガスの純度を更に高めているのである。

【0045】

その際、反応剤として鉄の酸化の反応を促進するために塩化ナトリウムと活性炭と少量の水と水を保持する水分保持材を使用することで、99.99%以上の窒素ガス純度が可能となったのである。従って、水を充填する場合には、発熱によって水が蒸発するので水を追加する必要がある。

【0046】

尚、反応剤としては、全く添加しなかったり、水または水と水保持剤だけを添加したり、塩化ナトリウムだけを添加したり、塩化ナトリウムと水または水と水保持剤だけを添加したり、活性炭だけを添加したり、活性炭と水または水と水保持剤だけを添加したり、塩化ナトリウムと活性炭と水または水と水保持剤だけを添加したり等色々の変化が考えられる。

【0047】

最後に、酸素吸収装置70によってより純度を増した99.99%の窒素ガスは、エアーフィルター80を経由することによって酸素吸収装置70で付着した塵埃等を完全に除去した後に、開閉弁81を開くことによって供給可能となっている。

【0048】

(第二実施例)

図2に見られるように、第二実施例が第一実施例と異なる点は、第一実施例の圧縮空気配管203に対し、第二実施例では圧縮空気配管215と第二熱交換器90と圧縮空気配管216を配設していることである。

【0049】

この場合、第二熱交換器90は酸素吸収装置70で発生した熱を利用する目的で配設したものである。従って、酸素吸収装置70における熱の発生状況によっては第一熱交換器30を配設しない場合も考えられる。また、第一熱交換器30と第二熱交換器90の位置に関しては、圧縮空気の流れで見たときに逆に位置させることも考えられる。

【0050】

尚、動作に関しては、第一実施例の第一熱交換器30に対し、第二実施例の第二熱交換器90で発生した熱が第一熱交換器30に加わった内容と同等になるだけであるので、詳細は省略する。

【0051】**【発明の効果】**

以上の説明から明らかなように、本発明により、下記のような効果をあげることができる。

【0052】

第一に、第一熱交換器を設けて圧縮空気を過熱出来るようにすることによって、夏と冬の季節に関係無く純度の高い窒素ガスを安定して作り出すことが容易となった。

【0053】

第二に、第二熱交換器を設けて圧縮空気を過熱出来るようにすることによって、廃熱を活用して夏と冬の季節に関係無く純度の高い窒素ガスを安定して作り出すことが容易となった。

【0054】

第三に、加熱に加えて、中空糸膜式窒素ガス発生器と絞り弁と酸素吸収装置を

組み合わせることによって、より純度の高い窒素ガスを安定して作り出すことが容易となった。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本願発明の全体を示した図

【図 2】

別の本願発明の全体を示した図

【符号の説明】

- 10 エアーコンプレッサ
- 11 開閉弁
- 20 エアーフィルター
- 30 第一熱交換器
- 31 温風ヒータ
- 40 中空糸膜式窒素ガス発生器
- 50 絞り弁
- 60 窒素ガスタンク
- 70 酸素吸収装置
- 80 エアーフィルター
- 81 開閉弁
- 90 第二熱交換器
- 201 圧縮空気配管
- 202 圧縮空気配管
- 203 圧縮空気配管
- 204 圧縮空気配管
- 205 窒素ガス配管
- 206 窒素ガス配管
- 207 窒素ガス配管
- 208 窒素ガス配管
- 209 窒素ガス配管

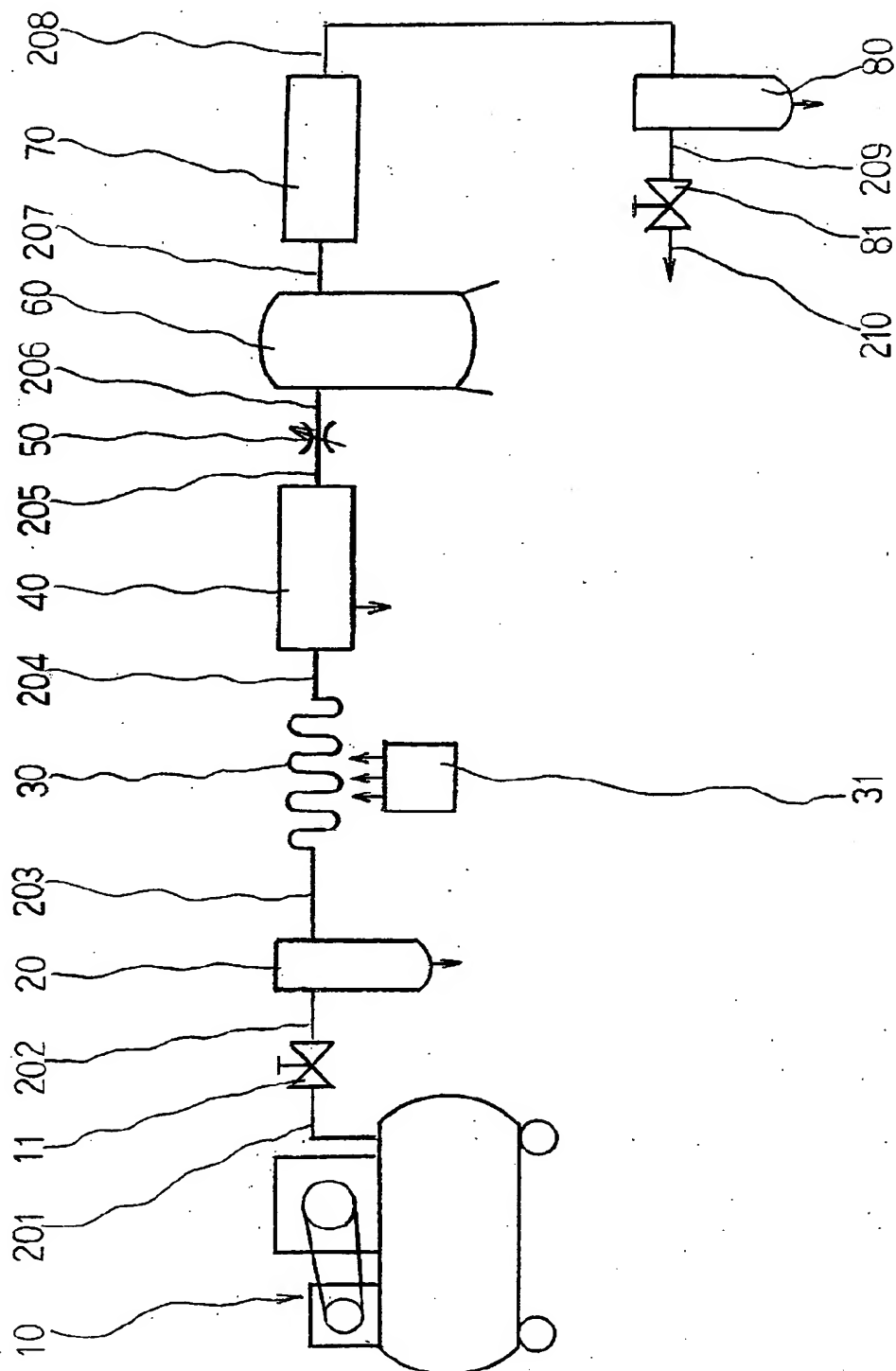
2 1 0 窒素ガス配管

2 1 5 圧縮空気配管

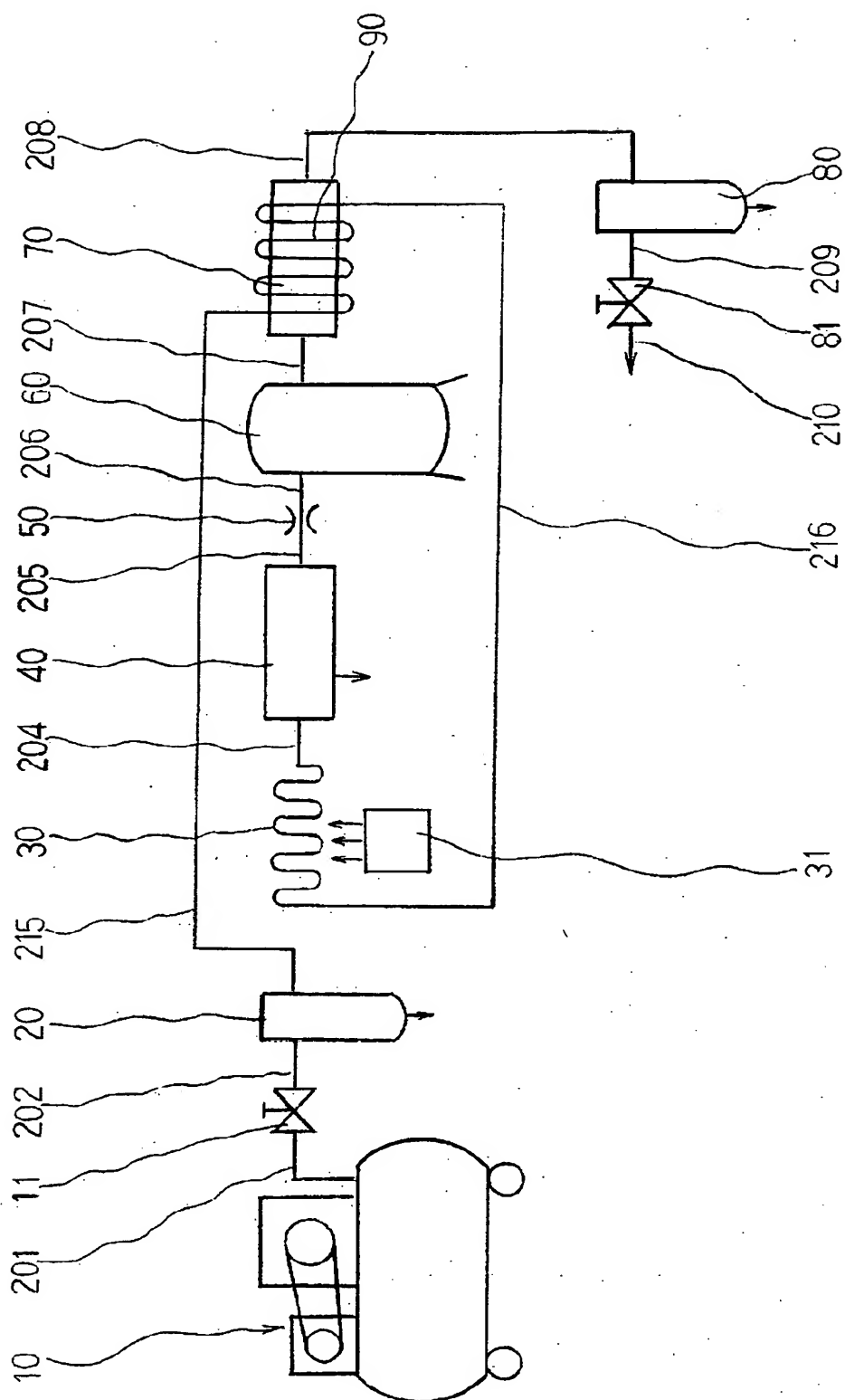
2 1 6 圧縮空気配管

【書類名】 図面

【図 1】



【図 2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 P A S 方式の場合、装置が大形となり、電磁弁等の装置のメンテナンスに難点があり、膜分離方式の場合、窒素純度は 9 5 ～ 9 9 . 9 % 程度となるため、高純度のニーズには適せず、深冷分離方式の場合、9 9 . 9 9 9 % 以上の高純度の窒素が得られるが、大規模な設備が必要であった。

【解決手段】 圧縮空気を加熱する第一熱交換器 3 0 と、圧縮空気より酸素を除去する中空糸膜式窒素ガス発生器 4 0 と、圧縮空気の酸素を吸収する酸素吸収装置 7 0 を、記載の順に圧縮空気が流れるように配設した。

【選択図】 図 1

特願 2 0 0 2 - 3 8 2 6 5 0

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 1 5 4 5 2 1]

1. 変更年月日 1 9 9 1 年 4 月 1 3 日
 [変更理由] 名称変更
 住 所 神奈川県横浜市瀬谷区阿久和町 4 4 8 3 - 5
 氏 名 株式会社フクハラ

2. 変更年月日 1 9 9 5 年 8 月 1 6 日
 [変更理由] 住所変更
 住 所 神奈川県横浜市瀬谷区阿久和西 1 丁目 1 5 番地 5
 氏 名 株式会社フクハラ